

# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

## PCT

REC'D 03 AUG 2001

### INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

9/937387


Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 0000205pct	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/01616	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 26/02/2000	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag) 26/03/1999
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C08K9/06		
Anmelder QUARZWERKE GMBH		

- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 4 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.  
☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  
Diese Anlagen umfassen insgesamt 2 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

RECEIVED  
DEC 11 2001  
TECHNOLOGY CENTER 700

Datum der Einreichung des Antrags  28/09/2000	Datum der Fertigstellung dieses Berichts  31.07.2001
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:   Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter  Andriollo, G  Tel. Nr. +49 89 2399 8301



**I. Grundlage des Berichts**

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):  
**Beschreibung, Seiten:**

1-15                      ursprüngliche Fassung

**Patentansprüche, Nr.:**

1-12                      eingegangen am                      02/02/2001    mit Schreiben vom    31/01/2001

**Zeichnungen, Blätter:**

3-5                      ursprüngliche Fassung

1,2                      eingegangen am                      19/09/2000    mit Schreiben vom    02/06/2000

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung,      Seiten:
- ☐ Ansprüche,      Nr.:
- ☐ Zeichnungen,      Blatt:

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

*(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).*

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

**V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

1. Feststellung

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	1-12
	Nein: Ansprüche	
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	1-12
	Nein: Ansprüche	
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1-12
	Nein: Ansprüche	

2. Unterlagen und Erklärungen  
**siehe Beiblatt**

**V**

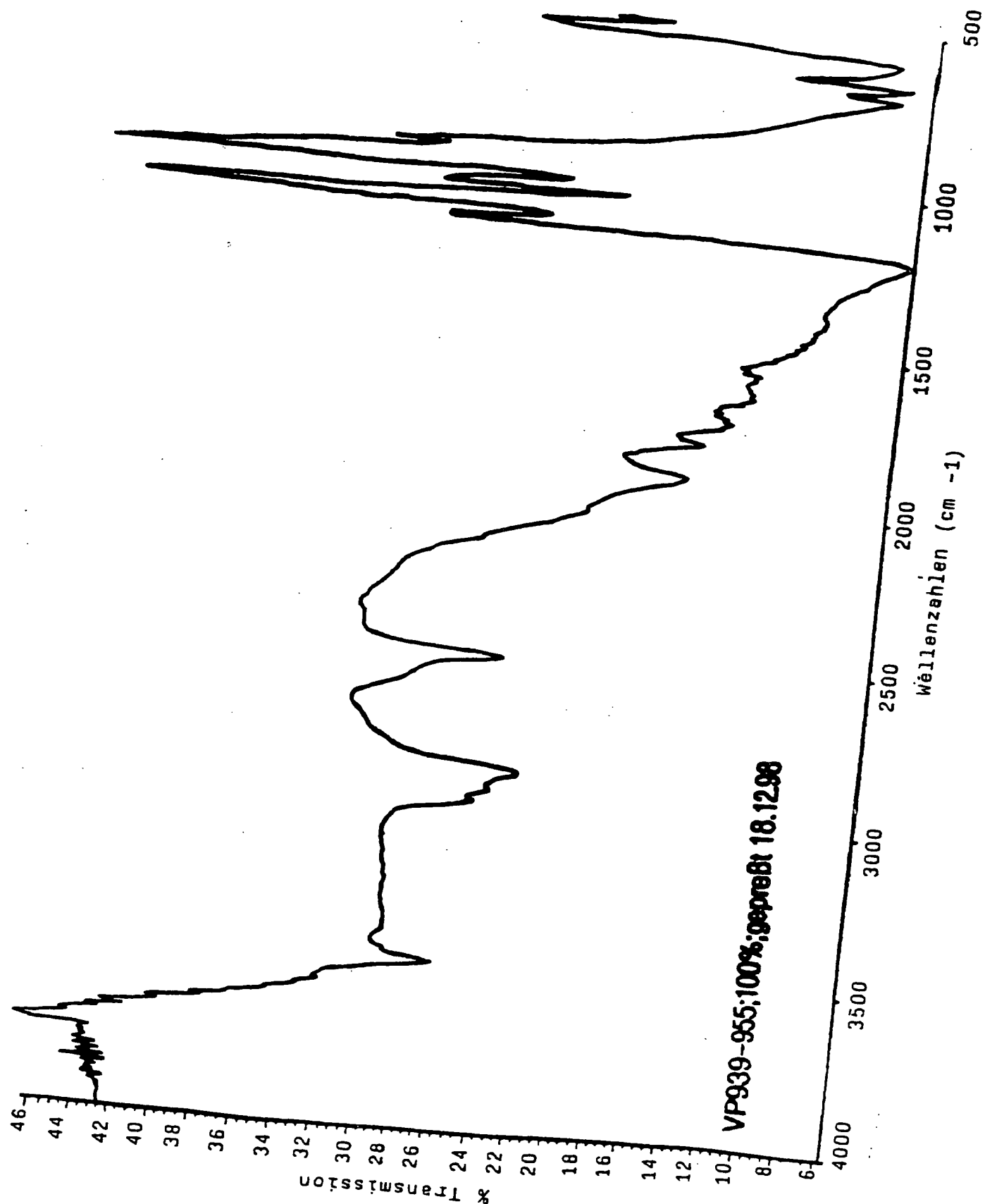
Die vorliegende Anmeldung erfüllt die Erfordernisse der Artikel 33(2) und 33(3) PCT. Der Gegenstand der Ansprüche 1-12 erscheint neu und auf einer erfinderischen Tätigkeit beruhend im Hinblick auf den zitierten Stand der Technik. Keines der zitierten Dokumente erwähnt Silikatpartikel, die mit Polysiloxan-Polyether Copolymer beschichtet sind. Der Effekt dieser Beschichtung, nämlich eine Reduzierung des Staubverhaltens dieser Silikate war aus dem Stand der Technik nicht zu entnehmen.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikate, wobei das zerkleinerte Silikat mit einem Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet wird.  
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Beschichtung 0,1 bis 4 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt werden.  
10
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Beschichtung 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt werden.  
15
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Silikat Calciummetasilikat eingesetzt wird.  
20
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Silikat Wollastonit eingesetzt wird.  
25
6. Silikat mit reduziertem Staubverhalten, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist und die folgenden Eigenschaften aufweist:
  - spezifische Oberfläche (DIN66132-BET) 0,5 bis 1,5 m<sup>2</sup>/g
  - Staubanteil (nach Heubach) 500 bis 1200 mg/100g
7. Silikat nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß es ein Calciummetasilikat ist.
- 30 8. Silikat nach Anspruch 6 oder 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß es Wollastonit ist.

9. Silikat nach den Ansprüchen 6 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit 0,1 bis 4 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist.
- 5 10. Silikat nach den Ansprüchen 6 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist. .
- 10 11. Verwendung des Silikates nach den Ansprüchen 6 bis 10 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen.
12. Verwendung nach Anspruch 11 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen ausgewählt aus der Gruppe Polyurethan, Polyamid und Polypropylen.

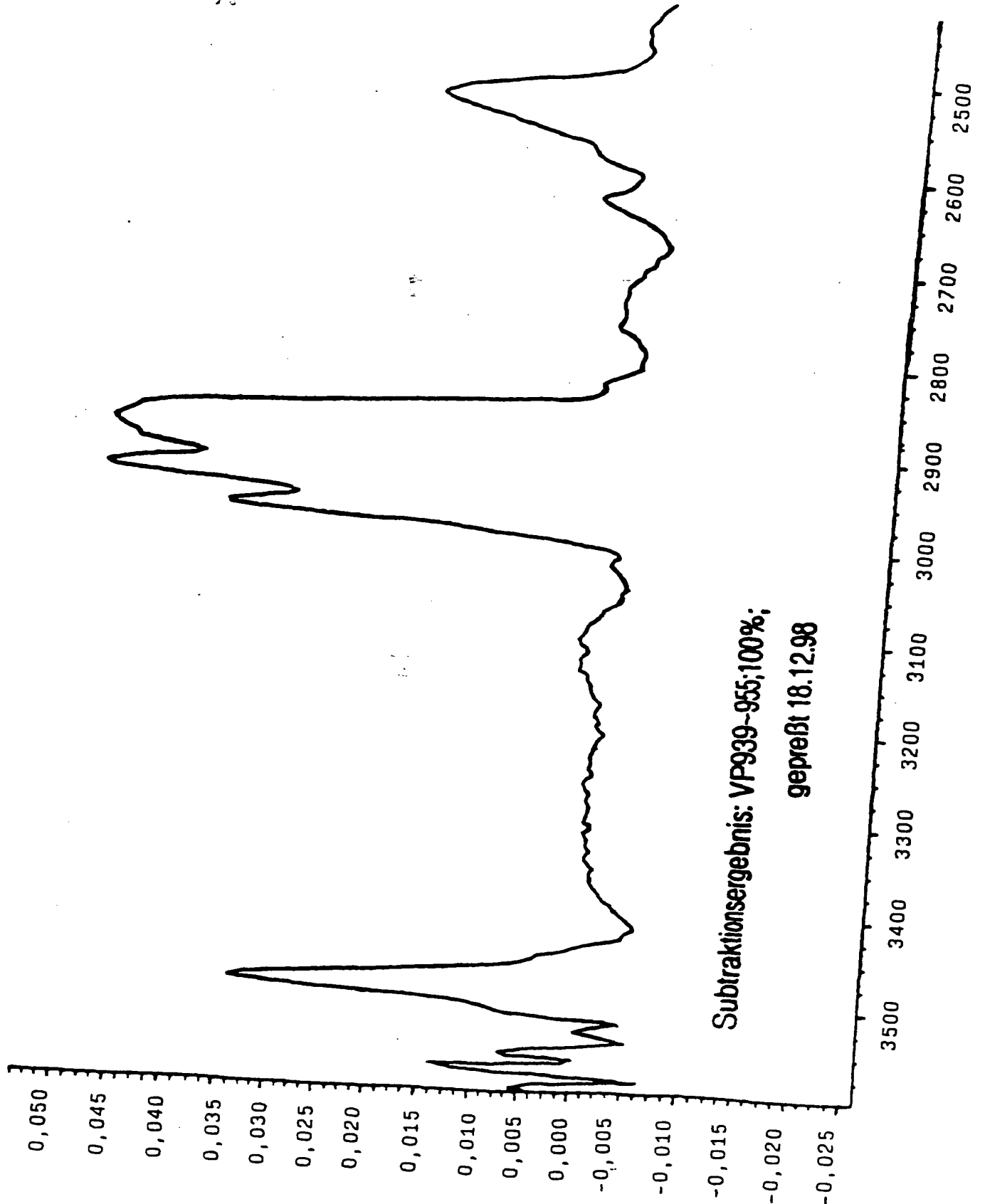
115



VP939-955;100%;gepreßt 18.12.98

Fig. 1

215



Figur 2



# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

## PCT

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts <b>A000205pct</b>	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen <b>PCT/EP 00/01616</b>	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) <b>26/02/2000</b>	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) <b>26/03/1999</b>
Anmelder  <b>QUARZWERKE GMBH</b>		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 3 Blätter.

☒ Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

**1. Grundlage des Berichts**

- a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.
- ☐ Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.
- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das
- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3. ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

**4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfindung**

- ☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.
- ☐ wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

**5. Hinsichtlich der Zusammenfassung**

- ☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.
- ☐ wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. \_\_\_\_\_

- ☐ wie vom Anmelder vorgeschlagen
- ☐ weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.
- ☐ weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.
- ☒ keine der Abb.

**A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**  
 IPK 7 C08K9/06

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

**B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

 Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
 IPK 7 C08K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P, X	EP 0 913 431 A (TODA KOGYO CORP) 6. Mai 1999 (1999-05-06) Seite 7, Zeile 15 -Seite 8, Zeile 32 Seite 11, Zeile 35 - Zeile 54 ---	1-14
X	DE 34 39 745 A (LUGATO CHEMIE DR BUECHTEMANN G) 15. Mai 1985 (1985-05-15) Seite 4, Absatz 4 -Seite 6, Absatz 1 ---	1-3, 5-14
X	US 4 184 880 A (HUBER PETER ET AL) 22. Januar 1980 (1980-01-22) Anspruch 1 ---	1-3, 5-14
X	EP 0 843 029 A (BAYER AG) 20. Mai 1998 (1998-05-20) Ansprüche 1, 2 --- -/-	1-3, 5-12



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

7. Juli 2000

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

02/08/2000

 Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Andriollo, G

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 129, no. 7, 17. August 1998 (1998-08-17) Columbus, Ohio, US; abstract no. 82241, METCALFE, E.: "Silicon-based flame retardants" XP002142088 Zusammenfassung & RECENT ADV. FLAME RETARD. POLYM. MATER., Bd. 8, 1997, Seiten 129-135, ---	1-3,5-12
X	GB 2 284 214 A (GEN ELECTRIC) 31. Mai 1995 (1995-05-31) Seite 8, Zeile 10 - Zeile 30 ---	1,7,13, 14
A	EP 0 591 676 A (KIMBERLY CLARK CO) 13. April 1994 (1994-04-13) -----	1,4

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

EP 00/01616

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0913431	A	06-05-1999	JP 11323174 A	26-11-1999
DE 3439745	A	15-05-1985	NONE	
US 4184880	A	22-01-1980	DE 2641699 A	23-03-1978
			CA 1087336 A	07-10-1980
			FR 2364951 A	14-04-1978
			GB 1564252 A	02-04-1980
			JP 962460 C	20-07-1979
			JP 53042243 A	17-04-1978
			JP 53044504 B	29-11-1978
EP 0843029	A	20-05-1998	DE 19647571 A	20-05-1998
			CN 1184869 A	17-06-1998
			JP 10168657 A	23-06-1998
			US 5969008 A	19-10-1999
GB 2284214	A	31-05-1995	DE 4442158 A	01-06-1995
			FR 2713233 A	09-06-1995
			JP 7216234 A	15-08-1995
EP 0591676	A	13-04-1994	AU 660564 B	29-06-1995
			AU 4893393 A	27-01-1994
			AU 674181 B	12-12-1996
			AU 5357794 A	09-05-1994
			CA 2090793 A	10-04-1994
			CA 2146750 A	28-04-1994
			CN 1089209 A, B	13-07-1994
			CN 1216308 A	12-05-1999
			CN 1225399 A	11-08-1999
			DE 69319607 D	13-08-1998
			DE 69319607 T	05-11-1998
			EP 0663934 A	26-07-1995
			ES 2121098 T	16-11-1998
			JP 6200465 A	19-07-1994
			JP 8502097 T	05-03-1996
			MX 9306259 A	29-04-1994
			WO 9409066 A	28-04-1994
			US 5665803 A	09-09-1997
			ZA 9306315 A	23-03-1994

## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING  
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and  
Administrative Instructions, Section 422)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

GODEMEYER, Thomas  
Sternagel, Fleischer, Godemeyer &  
Partner  
An den Gärten 7  
D-51491 Overath  
ALLEMAGNE

Date of mailing (day/month/year) 10 November 2000 (10.11.00)	
Applicant's or agent's file reference A000205pct	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/EP00/01616	International filing date (day/month/year) 26 February 2000 (26.02.00)

1. The following indications appeared on record concerning:		
<input type="checkbox"/> the applicant	<input type="checkbox"/> the inventor	<input checked="" type="checkbox"/> the agent
<input type="checkbox"/> the common representative		
Name and Address GODEMEYER, Thomas An den Gärten 7 D-51491 Overath Germany	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No. +49 2206 81987	
	Facsimile No. +49 2206 83749	
	Teleprinter No.	
2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
<input type="checkbox"/> the person	<input checked="" type="checkbox"/> the name	<input type="checkbox"/> the address
<input type="checkbox"/> the nationality		
<input type="checkbox"/> the residence		
Name and Address GODEMEYER, Thomas Sternagel, Fleischer, Godemeyer & Partner An den Gärten 7 D-51491 Overath Germany	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No. +49 2206 81987	
	Facsimile No. +49 2206 83749	
	Teleprinter No.	
3. Further observations, if necessary: <b>The indication of a new company's name of the agent on the Demand (Form PCT/IPEA/401) has been considered a request for recording a change under Rule 92bis. In case of disagreement, the International Bureau should be notified immediately.</b>		
4. A copy of this notification has been sent to:		
<input checked="" type="checkbox"/> the receiving Office	<input type="checkbox"/> the designated Offices concerned	
<input type="checkbox"/> the International Searching Authority	<input checked="" type="checkbox"/> the elected Offices concerned	
<input checked="" type="checkbox"/> the International Preliminary Examining Authority	<input type="checkbox"/> other:	

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer  F. Baechler
Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Telephone No.: (41-22) 338.83.38

**PCT**      WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
 Internationales Büro  
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation: <b>C08K 9/06</b>	<b>A1</b>	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 00/58396</b>  (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: <b>5. Oktober 2000 (05.10.00)</b>		
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top; border-right: 1px solid black; padding: 5px;">           (21) Internationales Aktenzeichen: <b>PCT/EP00/01616</b>             (22) Internationales Anmeldedatum: <b>26. Februar 2000 (26.02.00)</b>             (30) Prioritätsdaten:                      <b>199 13 810.9            26. März 1999 (26.03.99)            DE</b>             (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):                      <b>QUARZWERKE GMBH [DE/DE]; Kaskadenweg 40,                      D-50226 Frechen (DE).</b>             (72) Erfinder; und            (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): <b>FENTEN, Norbert [DE/DE];                      Widdendorfer Strasse 21, D-50189 Elsdorf (DE). WOLF,                      Wilfried [DE/DE]; Am Maria Born 28a, D-50354 Hürth                      (DE).</b>             (74) Anwalt: <b>GODEMEYER, Thomas; An den Gärten 7, D-51491                      Overath (DE).</b> </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;">           (81) Bestimmungsstaaten: <b>AE, AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CR, CU, CZ, DM, EE, GD, GE, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KP, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MA, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SG, SI, SK, SL, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</b>   <b>Veröffentlicht</b>  <i>Mit internationalem Recherchenbericht.            Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i> </td> </tr> </table>			(21) Internationales Aktenzeichen: <b>PCT/EP00/01616</b>  (22) Internationales Anmeldedatum: <b>26. Februar 2000 (26.02.00)</b>  (30) Prioritätsdaten: <b>199 13 810.9            26. März 1999 (26.03.99)            DE</b>  (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): <b>QUARZWERKE GMBH [DE/DE]; Kaskadenweg 40,                      D-50226 Frechen (DE).</b>  (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): <b>FENTEN, Norbert [DE/DE];                      Widdendorfer Strasse 21, D-50189 Elsdorf (DE). WOLF,                      Wilfried [DE/DE]; Am Maria Born 28a, D-50354 Hürth                      (DE).</b>  (74) Anwalt: <b>GODEMEYER, Thomas; An den Gärten 7, D-51491                      Overath (DE).</b>	(81) Bestimmungsstaaten: <b>AE, AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CR, CU, CZ, DM, EE, GD, GE, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KP, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MA, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SG, SI, SK, SL, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</b>  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.            Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>
(21) Internationales Aktenzeichen: <b>PCT/EP00/01616</b>  (22) Internationales Anmeldedatum: <b>26. Februar 2000 (26.02.00)</b>  (30) Prioritätsdaten: <b>199 13 810.9            26. März 1999 (26.03.99)            DE</b>  (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): <b>QUARZWERKE GMBH [DE/DE]; Kaskadenweg 40,                      D-50226 Frechen (DE).</b>  (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): <b>FENTEN, Norbert [DE/DE];                      Widdendorfer Strasse 21, D-50189 Elsdorf (DE). WOLF,                      Wilfried [DE/DE]; Am Maria Born 28a, D-50354 Hürth                      (DE).</b>  (74) Anwalt: <b>GODEMEYER, Thomas; An den Gärten 7, D-51491                      Overath (DE).</b>	(81) Bestimmungsstaaten: <b>AE, AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CR, CU, CZ, DM, EE, GD, GE, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KP, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MA, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SG, SI, SK, SL, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</b>  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.            Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>			
(54) Title: <b>METHOD OF REDUCING THE DUST GENERATION OF SILICATES</b>  (54) Bezeichnung: <b>VERFAHREN ZUR REDUZIERUNG DES STAUBVERHALTENS VON SILIKATEN</b>  (57) Abstract  <p>The invention relates to a method for reducing the dust generation of silicates, according to which the crushed silicate is surface-coated with a polyorganosiloxane. The invention also relates to a silicate with reduced dust generation and to the use of said silicate as reinforcing filler in plastic materials.</p> (57) Zusammenfassung  <p>Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten, wobei das zerkleinerte Silikat mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet wird. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Silikat mit reduziertem Staubverhalten sowie die Verwendung des Silikates als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen.</p>				

# LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland			TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CM	Kamerun			PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

## Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Silikat mit reduziertem Staubverhalten.

Silikate, insbesondere nadelförmige Silikate wie beispielsweise Wollastonit, ein Kettensilikat, werden als verstärkende Füllstoffe für Kunststoffanwendungen eingesetzt.

10

Bei Wollastonit handelt es sich um ein natürliches Calciumsilikat der Formel  $\text{Ca}_3[\text{Si}_3\text{O}_9]$ . Monokliner Wollastonit besteht aus  $\text{SiO}_4$ -Tetraedern, die in Anordnung von Dreierketten der Formel  $[\text{Si}_3\text{O}_9]^{6-}$  verbunden sind. Dabei sind die einzelnen Ketten durch  $\text{Ca}^{2+}$ -Ionen miteinander verbunden. Dies erklärt, weshalb die Partikel des Wollastonits eine nadelförmige Struktur aufweisen können.

Wollastonit besitzt weiterhin vorteilhafte Stoffeigenschaften. Hierzu gehört beispielsweise das Fehlen von chemisch gebundenem Wasser, welches in anderen wasserenthaltenen Silikaten dazu führt, daß sich die Struktur beim Erhitzen durch Wasserverlust verändert. Dies würde im Falle der Einarbeitung in Kunststoffe dazu führen, daß ein verstärkender Effekt nicht mehr erzielt würde. Weitere Vorteile sind der geringe Schrumpfungsgrad beim Trocknen und beim Erhitzen, ein sehr geringer Expansionskoeffizient und gute mechanische Eigenschaften der hergestellten Kunststoffprodukte, die Wollastonit enthalten. Neben der Anwendung als Additiv für Kunststoffe wird Wollastonit auch verwendet zur Herstellung von keramischen Produkten, Sanitärartikeln und Porzellan.

Die vorliegende Erfindung betrifft vorwiegend den Einsatz des Wollastonites in Kunststoffen.

20

Dabei wird der Wollastonit als Füllstoff hergestellt durch Mahlung des gewonnenen Wollastonites mit nachfolgender Windsichtung. Man erhält dann nadelförmige



ge Wollastonitteilchen, die entweder direkt in die Kunststoffmischung eingearbeitet werden oder in Form von polymeren Vormischungen mit Anteilen von 10 bis 40 Gew. % Wollastonit in die Kunststoffe eingearbeitet werden. Aufgrund der nadel-  
förmigen Struktur des Wollastonites erzielt man eine erhebliche Verbesserung der  
mechanischen Eigenschaften im Kunststoff und bei den daraus hergestellten  
Kunststoffformteilen.

Zusätzlich wird gemäß dem Stand der Technik der Wollastonit häufig mit Silan-  
verbindungen beschichtet, um eine bessere Einbindung in das Kunststoffmaterial  
zu erzielen. Dabei werden beispielsweise Oberflächenbeschichtungen mit Ami-  
nosilan, Epoxysilan, Methacrylsilan, Trimethylsilan, Vinylsilan oder Alkylsilan vor-  
genommen.

Diese Silikatmaterialien des Standes der Technik besitzen jedoch den Nachteil,  
daß sie aufgrund der durch die Silanbeschichtung erhöhten Dispersität eine ver-  
stärkte Staubbildung aufweisen. Die Staubanteile sind feinstteilige Silikatteilchen,  
die im wesentlichen keine nadelförmige Struktur mehr aufweisen und daher im  
Kunststoff keinerlei Verstärkungseffekte bewirken können. Dies bedeutet, daß ein  
Teil des eingesetzten Silikatfüllstoffes nicht wirksam ist und lediglich als nicht  
verstärkender pulverförmiger Füllstoff wirkt.

Man hat versucht, diesen Nachteil zunächst dadurch zu beheben, daß man den  
Wollastonit verschiedenen Verfahren unterzogen hat, um das Staubverhalten zu  
mindern. Derartige Verfahren sind jedoch relativ kostenaufwendig und teuer und  
führen daher zu einer erheblichen Verteuerung dieses Rohstoffes, so daß er aus  
Kostengründen als verstärkender Füllstoff für Kunststoffe uninteressant wird.  
Damit ist dieser Rohstoff zu anderen Rohstoffen, wie Glasfasern oder anderen  
Fasermaterialien, die ebenfalls als verstärkende Füllstoffe eingesetzt werden,  
nicht mehr konkurrenzfähig.

Die technische Aufgabe der Erfindung war es daher, ein einfaches Verfahren zur  
Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten, insbesondere von Wollastonit

zur Verfügung zu stellen, das möglichst kostengünstig durchführbar ist und zu einer erheblichen Verminderung des Staubverhaltens des Wollastonites führt.

Diese technische Aufgabe wird dadurch gelöst, daß man das zerkleinerte Silikat, insbesondere den Wollastonit mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet.

Es wurde nämlich gefunden, daß im Gegensatz zu bisherigen Oberflächenbeschichtungen aus Silanen die Beschichtung mit Polyorganosiloxanen zu einer erheblichen Verminderung des Staubverhaltens von weit über 50 % gegenüber den Materialien des Standes der Technik führt. Die Oberflächenbeschichtung der Silikate ist ein einfacher kostengünstiger Prozeß. So werden die entsprechenden Oberflächenbeschichtungsmittel üblicherweise durch Mischen des Materials in einem Fluidmischer oberflächlich aufgebracht. Weiterhin ist diese Technik bei der Beschichtung mit entsprechenden Silanverbindungen bereits erprobt. Durch diese einfache Methode, das Staubverhalten der Silikate zu vermindern, sind die bisherigen mehrstufigen physikalischen Verfahren zur Verminderung des Staubverhaltens nicht mehr notwendig und können auf einfache Weise ersetzt werden.

Dabei war es besonders erstaunlich, daß eine Reduzierung des Staubverhaltens bei der Oberflächenbeschichtung mit entsprechenden Silanverbindungen nicht oder nur in geringem Maße eintritt, während die Beschichtung mit Polyorganosiloxanen zu signifikanten Verminderungen des Staubverhaltens führt. Hierzu wurden entsprechende Vergleichsversuche durchgeführt, die im experimentellen Teil der Anmeldung weiter beschrieben werden.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird für die Oberflächenbeschichtung ein Polyorganosiloxan in einer Menge von 0,1 bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 bis 1,5 Gew.-% eingesetzt. Als besonders bevorzugtes Polyorganosiloxan wird ein Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt.

Wie bereits weiter oben erwähnt wurde, läßt sich mit diesen Polyorganosiloxanen das Staubverhalten von Silikaten, insbesondere Calciummetasilikaten und ganz besonders bevorzugt Wollastoniten reduzieren.

5   Überraschenderweise stellte sich hierbei heraus, daß durch die staubreduzierende Oberflächenbeschichtung eine gute Einbindung des Füllstoffes in das Kunststoffmaterial erzielt wurde. Durch Verwendung der erfindungsgemäßen Polyorganosiloxanverbindungen wird hier derselbe Effekt erreicht wie mit entsprechenden funktionellen Silanverbindungen, die aus dem Stand der Technik bekannt sind.

10

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Silikat mit reduziertem Staubverhalten, das mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist, einen Staubanteil nach Heubach von 500 bis 1200 mg/100 g besitzt und wobei das Silikat eine spezifische Oberfläche gemessen nach DIN 66132-BET von 0,5 bis 1,5 m<sup>2</sup>/g hat.

15

In bevorzugter Weise handelt es sich bei dem Silikat um ein Calciummetasilikat, besonders bevorzugt um einen Wollastonit. Das Silikat ist bevorzugt mit 0,1 bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet. Als Oberflächenbeschichtungsmittel wird bevorzugt ein Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt. Das Silikat wird als verstärkender Füllstoff  
20 in Kunststoffen, insbesondere Polyurethan, Polyamid und Polypropylen, eingesetzt. Die Herstellung des Silikates erfolgt durch Mahlen des Wollastonits auf einer entsprechenden Zerkleinerungsanlage wie beispielsweise einer Gegenstrahlprallmahanlage. Das zerkleinerte Fertigprodukt wird dann aus der Zerkleinerungsanlage entnommen und in einem Fluidmischer mit dem Polyorganosiloxan  
25 oberflächenbeschichtet. Diese Beschichtung erfolgt bei Temperaturen zwischen 40 und 100 °C infolge Reibungswärme. Nach dem Beschichten wird das Material auf Raumtemperatur gekühlt. Man erhält als Endprodukt einen staubarmen beschichteten Wollastonit mit den oben angegebenen Eigenschaften.

30

In den nachfolgenden Figuren wird das erfindungsgemäße Produkt näher gekennzeichnet.

Fig 1 zeigt ein IR-Spektrum des erhaltenen Produktes als Pressling. Die Figur zeigt die Transmissionen in % in Abhängigkeit von der Wellenzahl in  $\text{cm}^{-1}$ .

5 Fig. 2 zeigt ein weiteres FTIR-Spektrum des erhaltenen Produktes. Die Auswertung erfolgt als Darstellung der Absorption in Abhängigkeit von der Wellenzahl in  $\text{cm}^{-1}$ . Der Rohstoff Wollastonit wurde aus dem FTIR-Spektrum mathematisch subtrahiert.

10 Fig. 3 zeigt den Gewichtsanteil des erfindungsgemäßen Produktes in Abhängigkeit von der Nadellänge. Dabei ist die Nadellänge in Nadellängenklassen in  $\mu\text{m}$  angegeben.

Fig. 4 zeigt den Gewichtsanteil des erfindungsgemäßen Produktes in Abhängigkeit des Nadeldurchmessers. Der Nadeldurchmesser wird in Nadeldurchmesser-  
15 messerklassen in  $\mu\text{m}$  angegeben.

Fig. 5 zeigt schließlich das mittlere Länge-Durchmesser-Verhältnis des erfindungsgemäßen Produktes in Abhängigkeit von der Nadellänge. Die Nadel-  
20 länge ist in Nadellängenklassen in  $\mu\text{m}$  angegeben.

Dieses Material wird bevorzugt als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen eingesetzt und führt hier zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Zugfestigkeit und der Versteifung des Verbundstoffes. Besonders  
25 bevorzugt erfolgt der Einsatz als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen ausgewählt aus der Gruppe Polyurethan, Polyamid, Polypropylen. Weitere Vorteile liegen in einer hohen Durchsatzleistung am Extruder aufgrund guter Dispergierbarkeit und hoher Wärmeleitfähigkeit des Materials, geringerer Schwindung und höherer Maßhaltigkeit der Wollastonit-haltigen polymeren Vormischung durch Ver-  
30 kleinerung des linearen Ausdehnungsquoeffizienten. Die mit dem Material als verstärkendem Füllstoff hergestellten Kunststoffteile besitzen eine exzellente Oberflächenqualität aufgrund der feinteiligen Nadelstruktur des Materials. Weiterhin

wird die Wärmeformbeständigkeit verbessert und die Kriechneigung verringert. Durch den Einsatz der verstärkenden Füllstoffe wird auch eine Erhöhung der Oberflächenhärte der Vormischung, bedingt durch die Härte des Füllstoffes erzielt, mit einer optimalen Einbindung des Materials in den Kunststoff.

5

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern, ohne sie zu beschränken.

**Beispiel 1****5 Herstellung des mit Polyorganosiloxan beschichteten Wollastonits**

1000 kg Wollastonit werden auf einer Gegenstrahlprallmahanlage (Majac) zerkleinert. Die Strahlmühle arbeitet mit 2 Borcarbiddüsen und einem Arbeitsdruck von 7 bar. Der Sieb zum Abscheiden nicht zerkleinerter Grobpartikel wird mit  
10 einer Drehzahl in Höhe von 1800 U/min betrieben. Die Abscheidung des Fertigproduktes erfolgt im Filter.

75 kg des so zerkleinerten Wollastonits werden in einem Thyssen-Henschel-Fluidmischer FM250D mit 750 g eines Polysiloxan-Polyether-Copolymers  
15 (TEGOSTAB B 8427, TH. GOLDSCHMIDT AG, Essen) beschichtet.

Die Drehzahl der Mischwerkzeuge (Bodenräumer, Fluidisierflügel, Hornwerkzeuge) beträgt 1200 U/min. Der Fluidmischer ist doppelwandig und ermöglicht das Einstellen bestimmter Temperaturprofile unabhängig von der Reibungswärme  
20 durch indirekte Beheizung mit heißem Wasser bzw. Wasserdampf. Das im Wollastonit eingestellte Temperaturprofil erreicht 80 °C.

Anschließend wird der beschichtete Wollastonit mit einer Materialtemperatur von 80 °C in einem doppelwandigem Kühlmischer (Thyssen-Henschel Typ 650) auf  
25 Raumtemperatur gekühlt. Die Mischwerkzeuge sind vergleichbar den Mischwerkzeugen des Fluidmischers. Die Drehzahl beträgt 140 U/min.

Man erhält als Endprodukt einen staubarmen, beschichteten Wollastonit.

30 Figur 1 zeigt ein FTIR-Spektrum des erhaltenen Produktes als Preßling. Die Figur zeigt die Transmissionen in % in Abhängigkeit von der Wellenzahl in  $\text{cm}^{-1}$ . Die

Schwingungsbanden sind charakteristisch für das System Wollastonit beschichtet mit Polyorganosiloxanen.

Die Figur 2 zeigt ein weiteres FTIR-Spektrum des erhaltenen Produktes. Die Auswertung erfolgte als Darstellung der Absorption in Abhängigkeit von der Wellenzahl in  $\text{cm}^{-1}$ . Es wurde nur die Wellenzahl von 2.400 bis 3.600 erfaßt und im Rahmen der vorliegenden Analyse der Rohstoff Wollastonit aus dem FTIR-Spektrum mathematisch substrahiert. Als Folge davon zeigt Figur 2 lediglich die Schwingungsbanden der Oberflächenbeschichtung, nämlich des Polyorganosiloxanes auf der Oberfläche von Wollastonit insbesondere im Bereich von 2.800 - 3.100 Wellenzahlen. In diesem Wellenzahlenbereich sind insbesondere die CH-Schwingungen typisch. Die so erhaltene Abbildung ist daher ein charakteristischer Fingerabdruck für das Oberflächenadditiv und beschreibt die besondere Struktur des verwendeten Polyorganosiloxans.

Die Figuren 3, 4 und 5 charakterisieren das erhaltene Produkt bezüglich der Nadellänge (Figur 3), des Nadeldurchmessers (Figur 4) und des mittleren L/D-Verhältnisses (Länge-Durchmesser), in Abhängigkeit von der Nadellänge (Figur 5).

## **Beispiel 2**

### **Staubmessung**

In diesem Beispiel wurde das gemäß Beispiel 1 hergestellte erfindungsgemäße Produkt im Vergleich zu Produkten des Standes der Technik auf ihr Staubverhalten untersucht. Im einzelnen wurden folgende Produkte geprüft:

- a) Wollastonit gemäß Beispiel 1
- b) Wollastonit ohne Additiv (Stand der Technik)
- c) Wollastonit mit Aminosilan als Additiv (Stand der Technik)

Die Bestimmung des Staubverhaltens wurde mit folgender Methode vorgenommen :

1. Staubbmessung mit dem Dustmeter nach Heubach
- 5 2. Bestimmung der spezifische Oberfläche DIN 66132 - BET

1. Staubbmessung mit dem Dustmeter nach Heubach  
Für die Untersuchung wird ein Heubach-Dustmeter, eine Analysenwaage sowie ein Filter GF 92 (S + S) eingesetzt. Das Meßgerät besteht aus Basisgerät mit Luftmessung (Volumen, Temperatur, Antriebsmotor, Vakuumdruckpumpe). Es enthält Ausleger mit
- 10
  - Haltern für Aufbauten
  - Staubentwicklungsgefäß
  - Grobabschneider
  - 15 - Luftfiltrationsgefäß

#### a) Montage

Das Saugrohr mit Schlaucholive wird fest auf den Gewindestutzen geschraubt, das Stabilisator-Rohr auf den Zapfen gesteckt, mit dem Klemmkloben fixiert und der Fuß an den Rohrenden befestigt. Die kurzen Stativstangen können an jeder Stelle des Auslegers fixiert werden. Mit Hilfe der Doppelmuffe und der Stativklemme wird der gewünschte Aufbau erstellt.

#### 25 b) Funktion und Arbeitsweise

Die zu prüfende Substanz wird im rotierenden Staubentwicklungsgefäß in Bewegung gehalten. Der Staub wird von einem axial eintretenden Luftstrom erfaßt und passiert einen Grobabschneider aus Glas, in dem grobe, nicht flugfähige Partikel sedimentieren. Der im Luftstrom verbleibende Staub wird auf einem Filter abgeschieden. Den zur Prüfung erforderlichen Luftdruck erzeugt eine Vakuum-Druckpumpe; druckseitig erfolgt die Luftmengenmessung.



WU 00/50370

c) Durchführung der Messung

Einstellung des gewünschten Luftdurchflusses :

5

Empfohlen wird ein Luftvolumen von 100 l bei einer Meßdauer von 5 min (20 l/min).

Eine Einheit des Zählwerkes entspricht 0,1 l, d. h. für z. B. 100 l Luft sind am  
10 Sollwertsteller des vierstelligen Zählwerkes "1000" vorzuwählen. Das mit Filterpapier belegte Luftfiltrationsgefäß wird mit der Pumpe verbunden, das Nadelventil am Flowmeter ganz geöffnet, Netzschalter betätigt, Wahlschalter ausgerastet (Automatikbetrieb), am Sollwertsteller 20 l ("0200") vorgewählt. Nach Drücken der Taste "Start" setzt sich die Pumpe in Betrieb und schaltet nach 20 l selbsttätig  
15 ab. Das Nadelventil an der Pumpe wird soweit geschlossen bzw. geöffnet, bis die vorgewählten 20 l in genau 1 min. gefördert werden. Sämtliche weiteren Messungen erfolgen jetzt mit einem Durchfluß von 20 l Luft/min.

d) Staubmessung

20

Das abgewogene Prüfgut wird in das Staubentwicklungsgefäß eingebracht; je nach Schüttdichte 25 g, 50 g oder 100 g. Bis zu einer Schüttdichte von 0,5 g/ml sollte die Einwaage 25 g bzw. 50 g betragen, darüber 100 g.

25 Vor Beginn der Messung wird das mit Filterpapier belegte Luftfiltrationsgefäß ausgewogen ( $m_1$ ). Am vierstelligen digitalen Sollwertsteller ist die gewünschte Luftmenge vorgewählt. Wenn alle Verbindungen vom Staubentwicklungsgefäß bis zur Pumpe hergestellt sind, drückt man die Taste "Start" und setzt sowohl den Getriebemotor als auch die Pumpe in Betrieb. Ist die vorgewählte Luftmenge erreicht,  
30 wird beides automatisch gestoppt. Erneutes Auswiegen des Filtrationsgefäßes ergibt  $m_2$ . Der am Filter verbleibende Gummistopfen sollte vor der Wägung außen mit Putzpapier gereinigt werden.

e) Standard-Messbedingungen für QW-Produkte

- Die das Meßgerät durchströmende Luft wird immer durch einen vorgeschalteten Trockenturm gefahren, um den Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Staubentwicklung auszuschalten.

	Luftvolumen :	20 l/min.
	Meßdauer :	5 min.
10	Einwaage :	50 g
	Filter :	GF 92, Schleichter & Schüll

f) Auswertung

- 15 Die Staubungszahl "s" entspricht der von 100 g Prüfgut bei den normierten Bedingungen entwickelten Staubmenge in mg.

Sie wird nach folgender Gleichung berechnet :

$$20 \quad s = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 10^5$$

Hierin bedeuten :

- 25  $m_0$  Einwaage in g der Probe  
 $m_1$  Masse des Filtergehäuses mit eingelegtem Filter vor der Messung  
 $m_2$  Masse des Filtergehäuses mit eingelegtem Filter nach der Messung

- Die Staubungszahl "s" aller drei Proben wurde ermittelt. Die Tabelle 1 zeigt die  
 30 Staubungszahl in mg/100 g.

Tabelle 1:

Material	Staubungszahl [mg/100 g]
Wollastonit nach Beispiel 1	700
Wollastonit ohne Additiv	1.200
Wollastonit mit Aminosilan	1.500

Aus Tabelle 1 ist zu ersehen, daß der Wollastonit gemäß Beispiel 1 eine um mehr  
 5 als 50 % niedrigere Staubzahl aufweist als der Wollastonit gemäß dem Stand der  
 Technik, der mit Aminosilan beschichtet ist.

## 2. Bestimmung der spezifischen Oberfläche nach DIN 66132 - BET

10 In dem nachfolgenden Versuch wurde die spezifische Oberfläche des Wollastonit  
 gemäß Beispiel 1 sowie der Vergleichsprodukte aus dem Stand der Technik ermit-  
 telt. Die spezifische Oberfläche ist bei Materialien besonders hoch, die einen ho-  
 hen Staubanteil enthalten, da der Staub eine große spezifische Oberfläche be-  
 sitzt. Für die drei Produkte konnten folgende Daten ermittelt werden, die in Tabel-  
 15 le 2 dargestellt sind.

Tabelle 2:

Material	spez. Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]
Wollastonit nach Beispiel 1	0,8
Wollastonit mit Aminosilan	1,2

20 Aus der Tabelle 2 ist zu ersehen, daß die spezifische Oberfläche des erfindungs-  
 gemäßen Produktes geringer ist als die spezifische Oberfläche des Wollastonits  
 mit Aminosilan.

### Beispiel 3

#### Herstellung eines Formteiles aus Kunststoff (Polyurethan) mit verstärkendem Füllstoff Wollastonit

5

Mit dem Wollastonit-Produkt aus Beispiel 1 sowie mit einem Vergleichsprodukt, nämlich Wollastonit mit Aminosilan beschichtet, wurde ein Kunststoffformteil folgender Zusammensetzung hergestellt :

#### 10 Polyol

Polyether	64,4 Gew.Tl Glycerin / 85 PO / 15 EO, OHZ = 35
Diethyltoluylendiamin	35 Gew.Tl
Diazabicyclooctan	0,5 Gew.Tl
Dibutylzimtdilaurat	0,1 Gew.Tl

15

#### Semiprepolymer

Polyether	Glycerin / 85 PO / 15 EO , OHZ = 35
Diphenylmethan - 4,4'- Diisocyanat	
NCO-Gehalt 18 %	

20

Das Mischungsverhältnis betrug 100 Gew.Tl Polyol und 107 Gew.Tl Semiprepolymer sowie 20 Gew.Tl Wollastonit im Elastomer. Aus dem so hergestellten Kunststoff wurde ein Kunststoffformteil spritzgegossen und auf seine mechanischen Eigenschaften hin untersucht. Es wurden die nachfolgenden in Tabelle 4

25 angegebenen Ergebnisse erzielt :

Tabelle 4:

	Wollastonit mit Aminosilan	Wollastonit nach Beispiel 1
Shore D Härte nach DIN 53505	63	64
Zugfestigkeit nach DIN 53455	25	25
Bruchdehnung in % nach DIN 53455	100	130
Biege-E-Modul (Mpa) nach DIN 53457	1.600	1.800
Schwindung in % nach DIN 53464	0,5	0,4

Aus der Tabelle ist zu ersehen, daß die mechanischen Eigenschaften des Kunststoffes, in dem das Wollastonit gemäß Beispiel 1 eingesetzt wird, gegenüber den mechanischen Eigenschaften herkömmlicher verstärkter Kunststoffe, überlegen ist.

#### Beispiel 4

#### Herstellung eines Formteils aus Kunststoff (Polypropylen) mit verstärkendem Füllstoff Wollastonit

Es wird ein Polypropylen Copolymer hergestellt mit einem Anteil von 20 Gew.-% Wollastonit gemäß Beispiel 1 sowie mit einem Vergleichsprodukt, nämlich Wollastonit mit Alkylsilan beschichtet. Aus diesem Material wird ein Kunststoffformteil hergestellt und seine mechanischen Eigenschaften ermittelt. Es wurden die nachfolgenden in Tabelle 5 angegebenen Ergebnisse erzielt:

Tabelle 5:

	Wollastonit mit Alkylsilan	Wollastonit nach Beispiel 1
Zugfestigkeit (MPa) DIN 53455	18,4	19,1
Reißdehnung (%) DIN 53455	30,4	17,9
E-Modul (Gpa) DIN 53457	2,266	2,233
Schlagzähigkeit (Izod) (kJ/m <sup>3</sup> ) ohne Kerbe, Iso 180	50,4	89,0
mit Kerbe, Iso 180	19,0	23,5
Formbeständigkeit in der Wärme HDT-B (°C) DIN 53461	123	115

Aus der Tabelle ist zu ersehen, daß die mechanschen Eigenschaften des Kunst-  
 5 stoffes, in dem Wollastonit gemäß Beispiel 1 eingesetzt wird, gegenüber her-  
 kömmlich verstärktem Polypropylen verbessert sind.

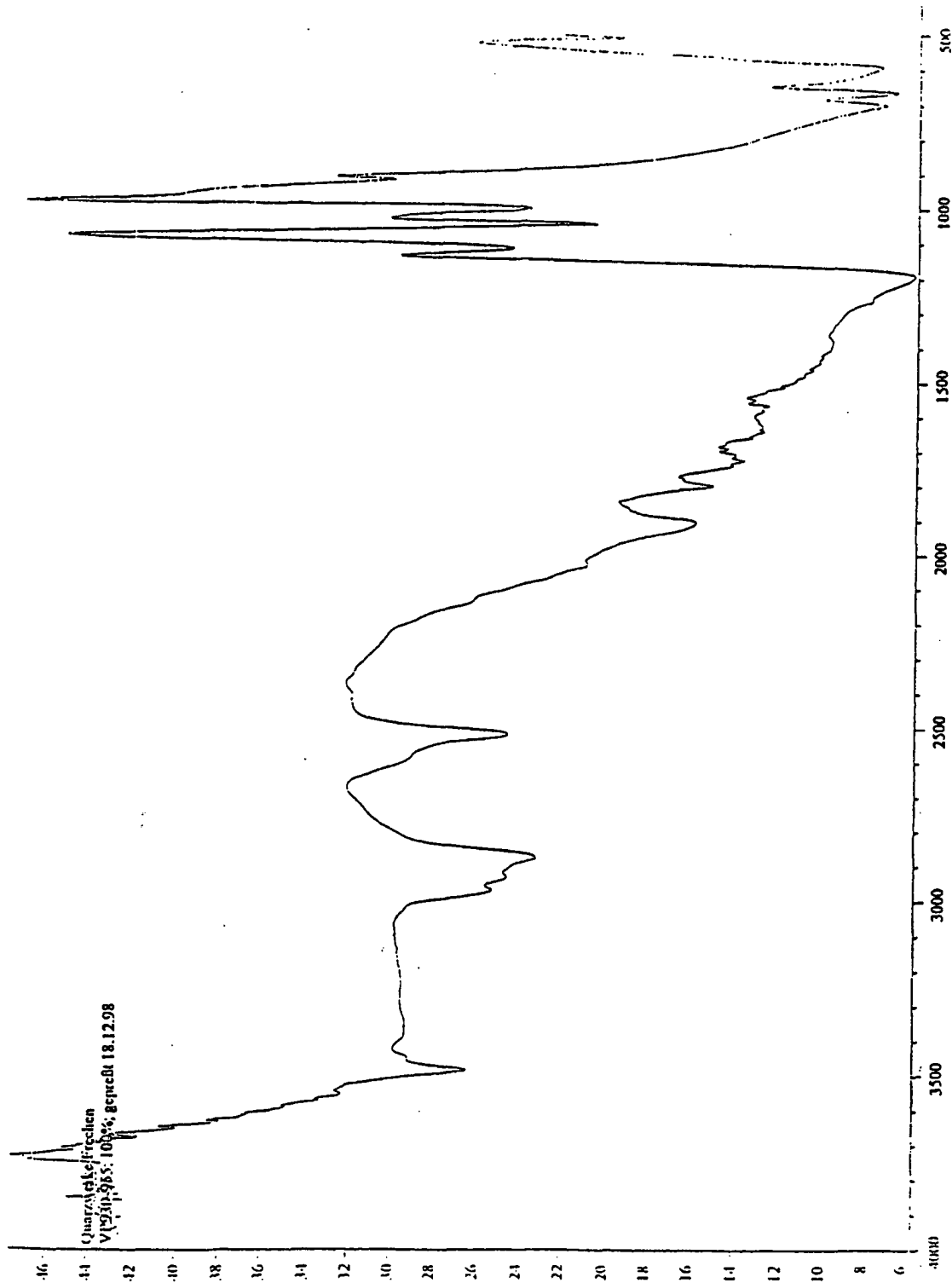
## Patentansprüche

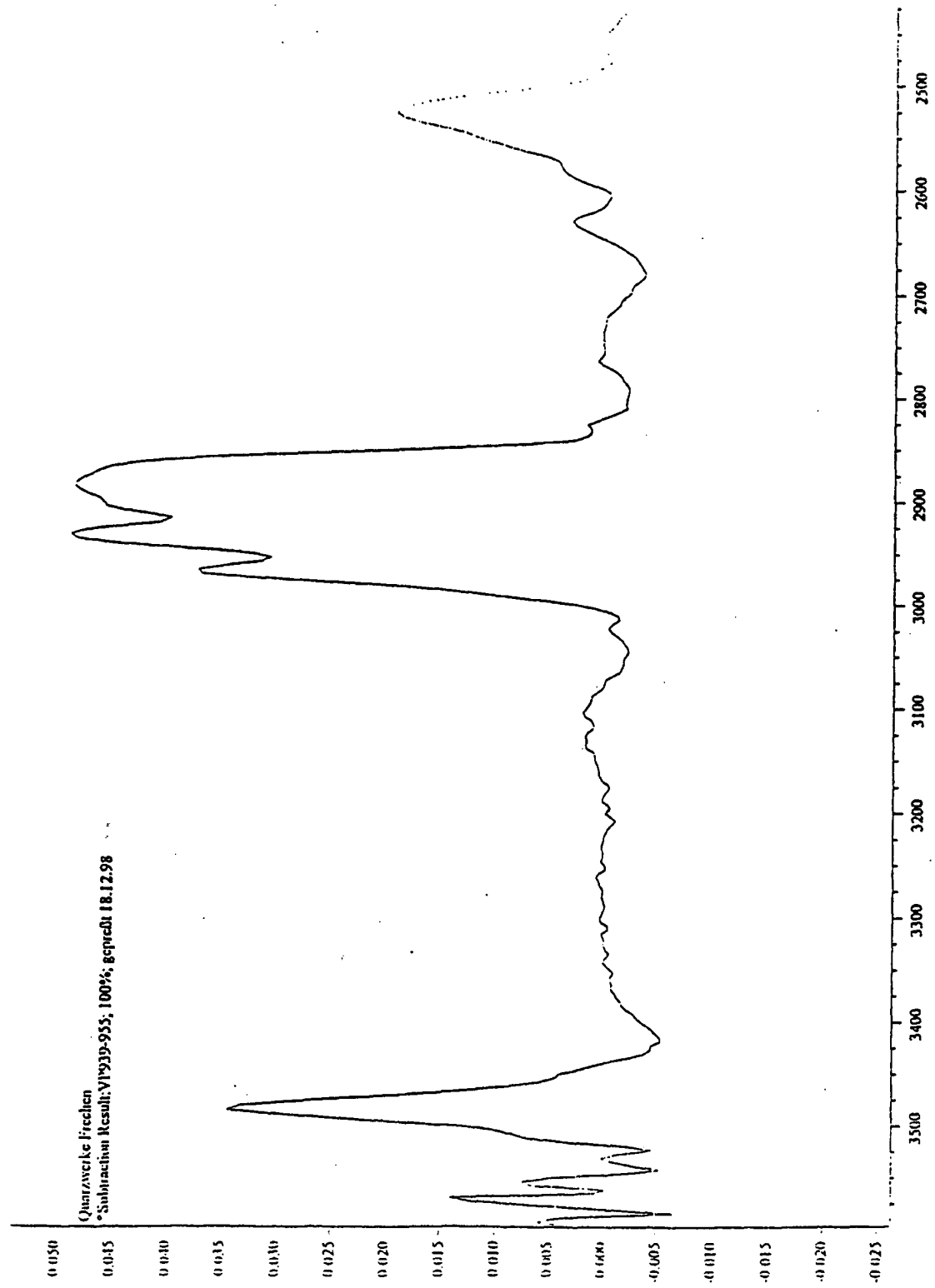
1. Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten, **dadurch gekennzeichnet**, daß das zerkleinerte Silikat mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet wird.  
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Beschichtung 0,1 bis 4 Gew.-% eines Polyorganosiloxans eingesetzt werden.
- 10 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Beschichtung 0,5 bis 1,5 Gew.-% eines Polyorganosiloxans eingesetzt werden.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß als  
15 Polyorganosiloxan ein Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt wird.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Silikat Calciummetasilikat eingesetzt wird.
- 20 6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Silikat Wollastonit eingesetzt wird.
7. Silikat mit reduziertem Staubverhalten, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist und die folgenden Eigenschaften aufweist:  
25
  - spezifische Oberfläche (DIN66132-BET) 0,5 bis 1,5 m<sup>2</sup>/g
  - Staubanteil (nach Heubach) 500 bis 1200 mg/100g
8. Silikat nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß es ein Calciummetasilikat ist.  
30

9. Silikat nach Anspruch 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß es Wollastonit ist.
10. Silikat nach den Ansprüchen 7 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit  
5 0,1 bis 4 Gew.-% Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist.
11. Silikat nach den Ansprüchen 7 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist.
- 10 12. Silikat nach den Ansprüchen 7 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit einem Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist.
13. Verwendung des Silikates nach den Ansprüchen 7 bis 12 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen.
- 15 14. Verwendung nach Anspruch 13 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen ausgewählt aus der Gruppe Polyurethan, Polyamid und Polypropylen.



Figur 1



**Figur 2**

# Gewichtsanteil in Abhängigkeit der Nadellänge

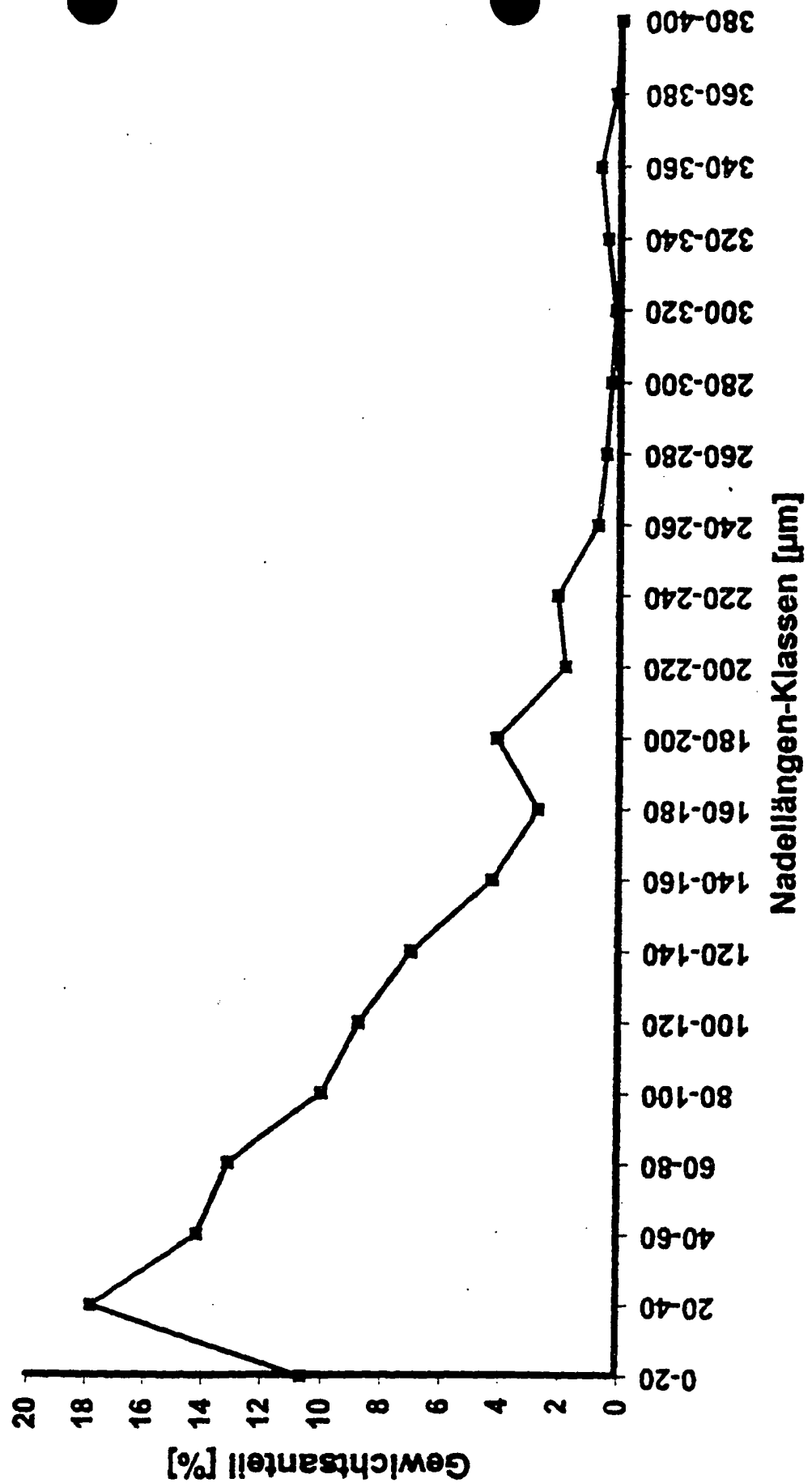
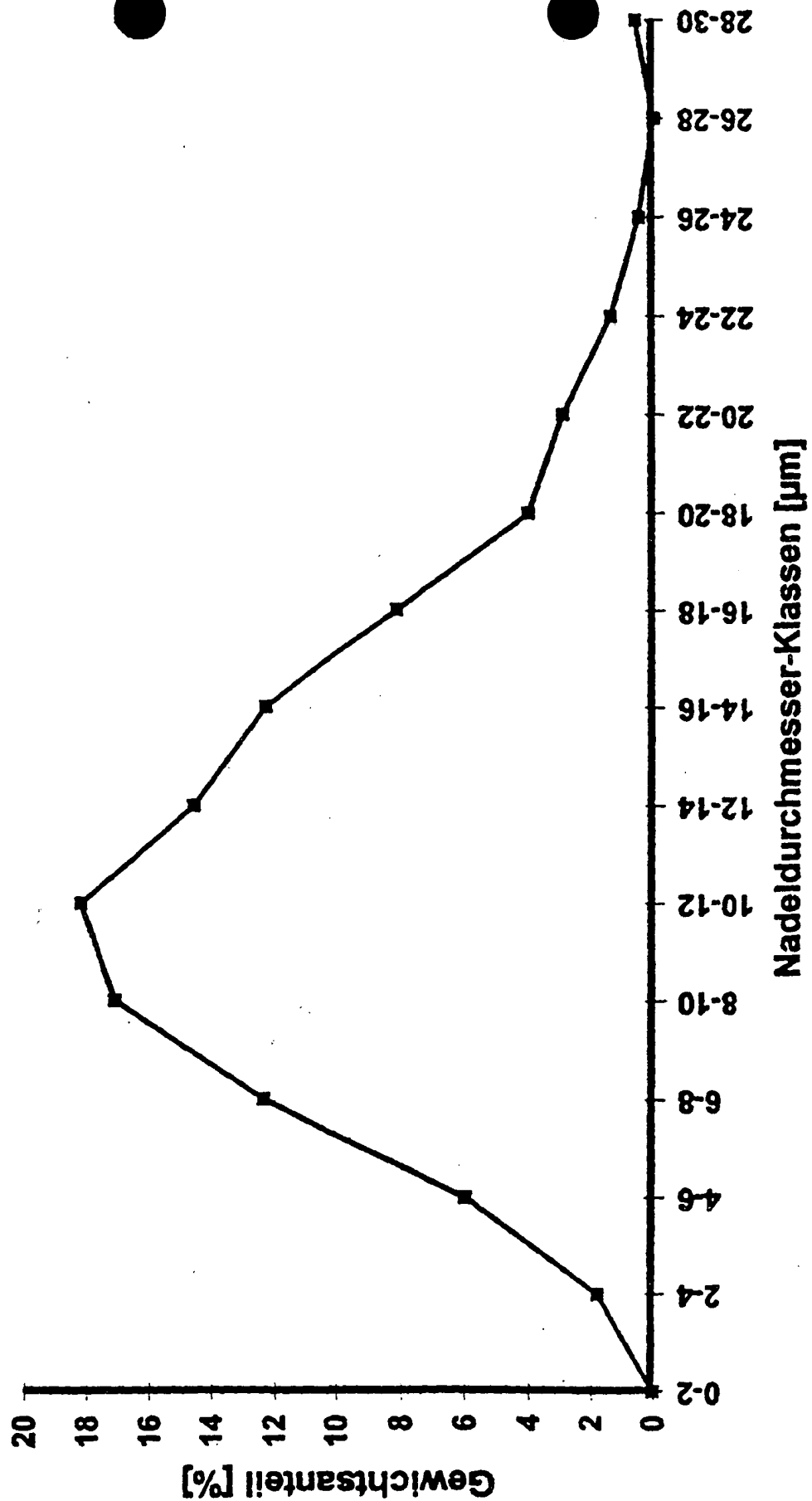


Figure 3

# Gewichtsanteil in Abhängigkeit des Nadeldurchmesser



Figur 4